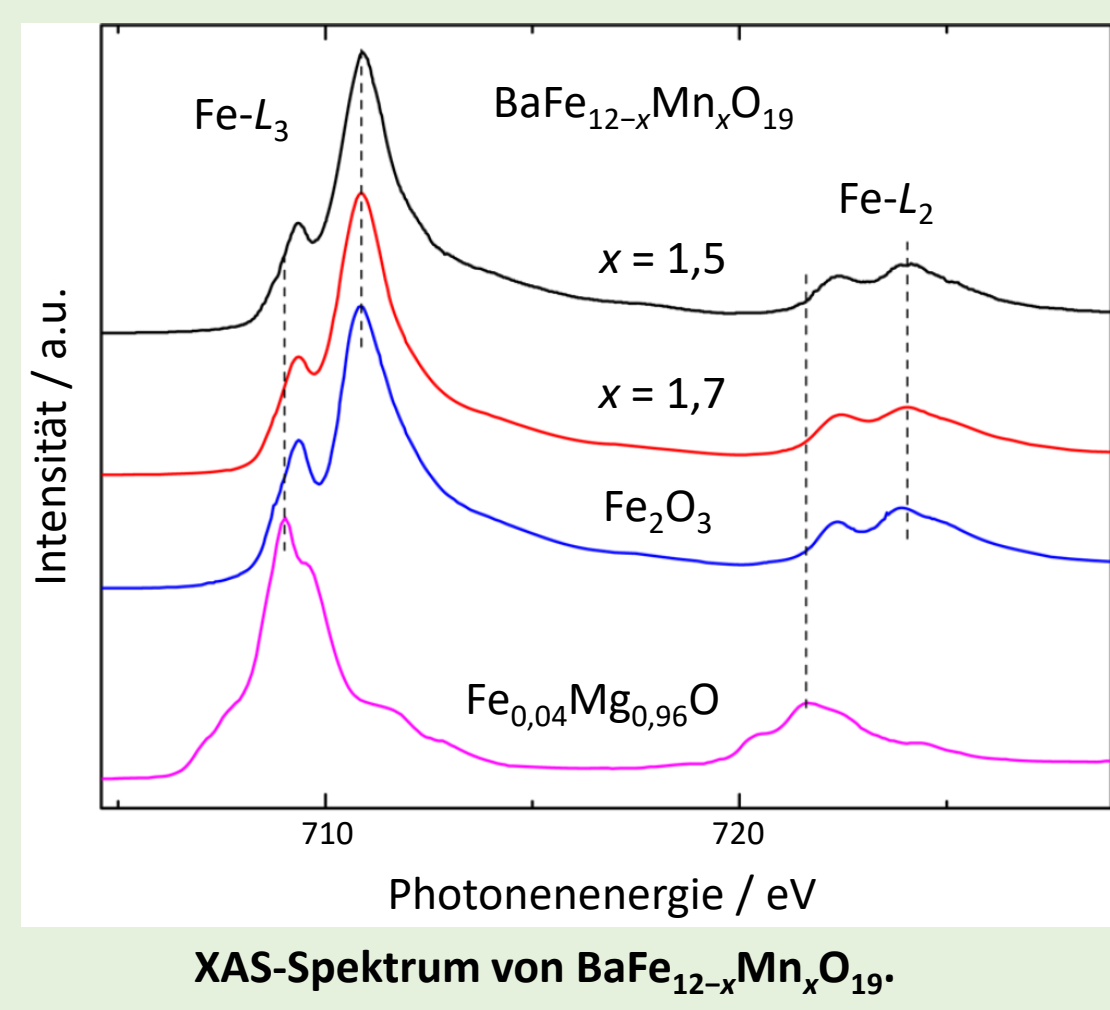


# Analytische Methoden

## Spektroskopische Methoden

- ❖ NMR-Spektroskopie verschiedener Kerne ( $^{69}\text{Ga}$ ,  $^{35}\text{Cl}$ ,  $^{27}\text{Al}$ ,  $^{15}\text{N}$ ,  $^1\text{H}$ ...)
- ❖ Röntgenabsorptionsspektroskopie (XAS)



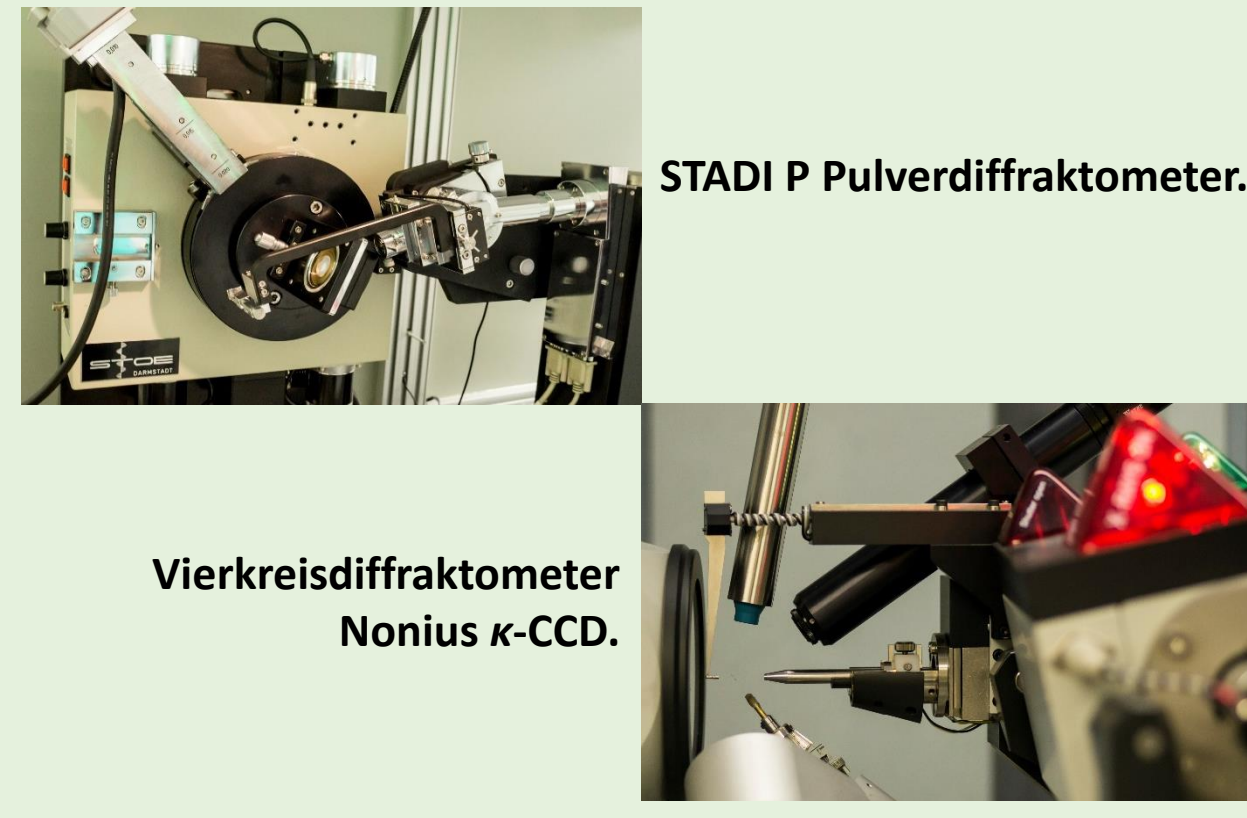
## Elementaranalyse

- ❖ Ermittlung des H-, N- und O-Gehalts durch Heißgasextraktion
- ❖ Qualitative und quantitative Bestimmung von Elementen mit Hilfe der Elektronenstrahlmikrosonde



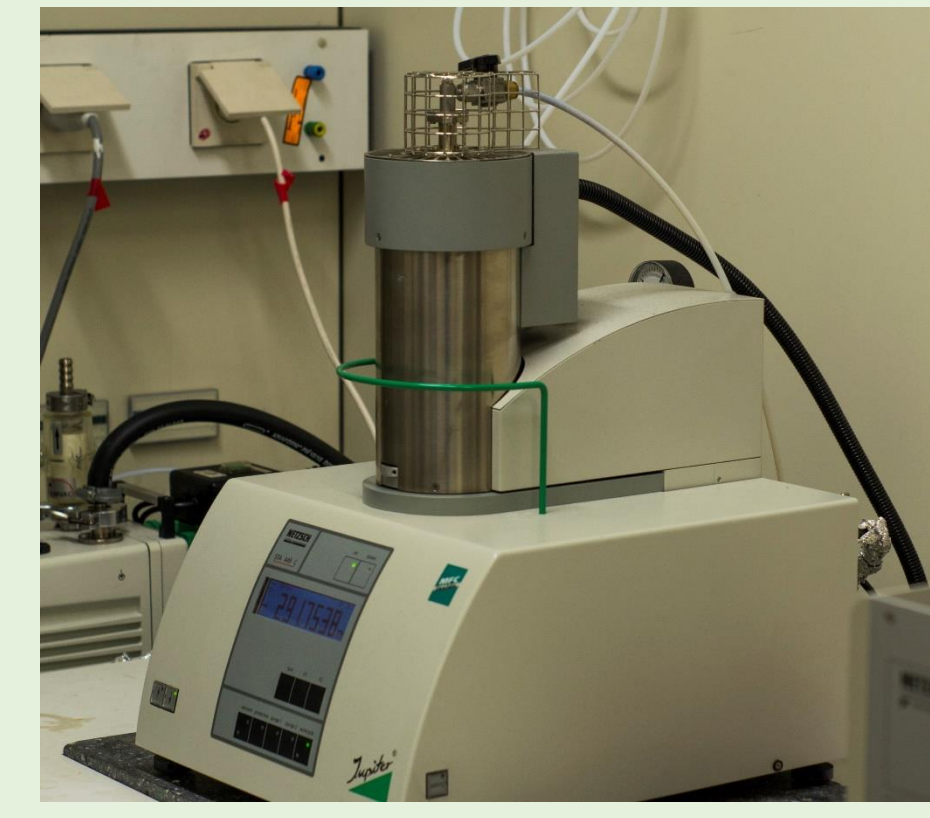
## Diffractionsmethoden

- ❖ Strukturanalyse durch Röntgenbeugung am Einkristall und Pulver
- ❖ Phasenanalyse mit Hilfe des Pulverdiffraktometers



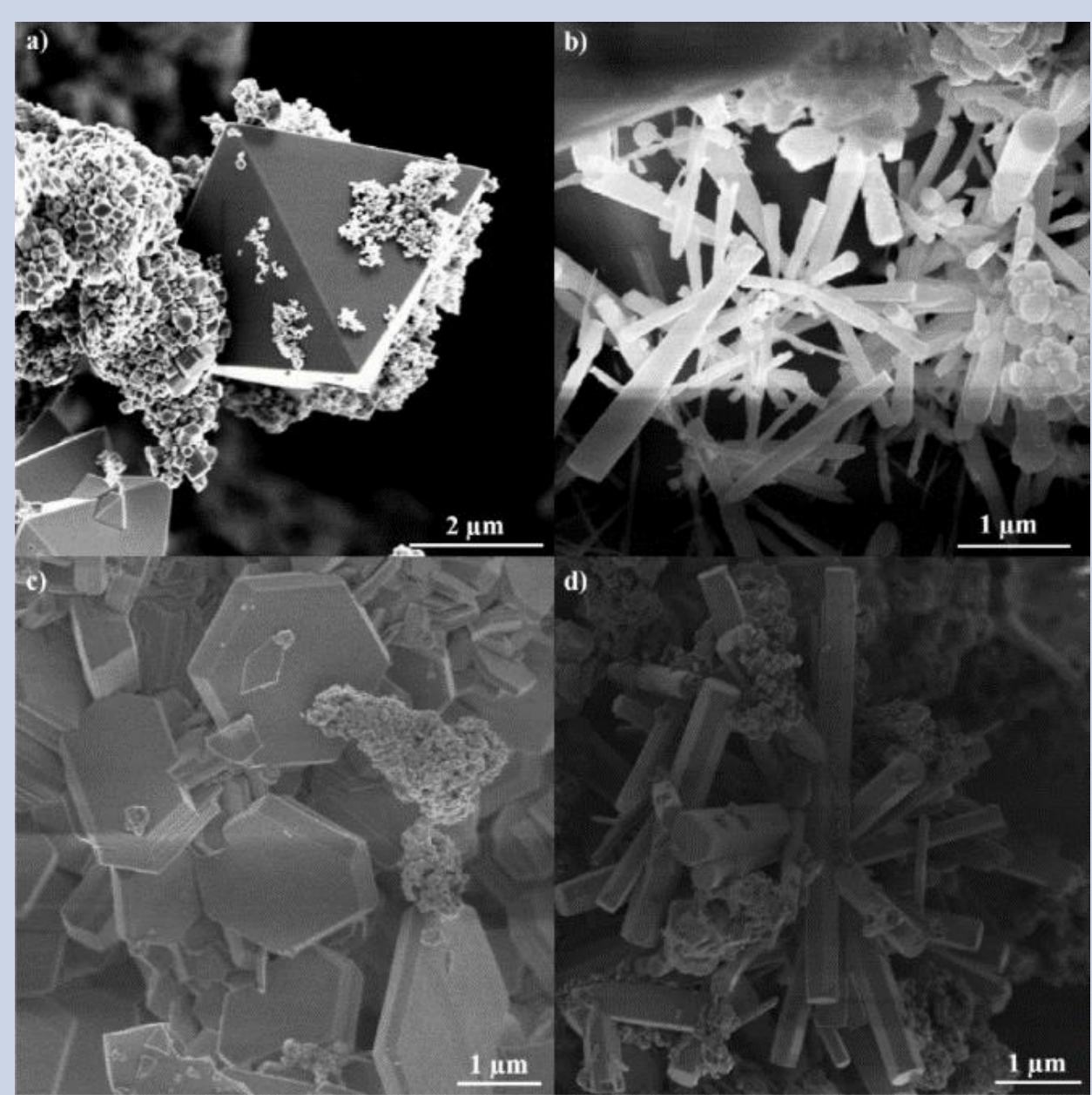
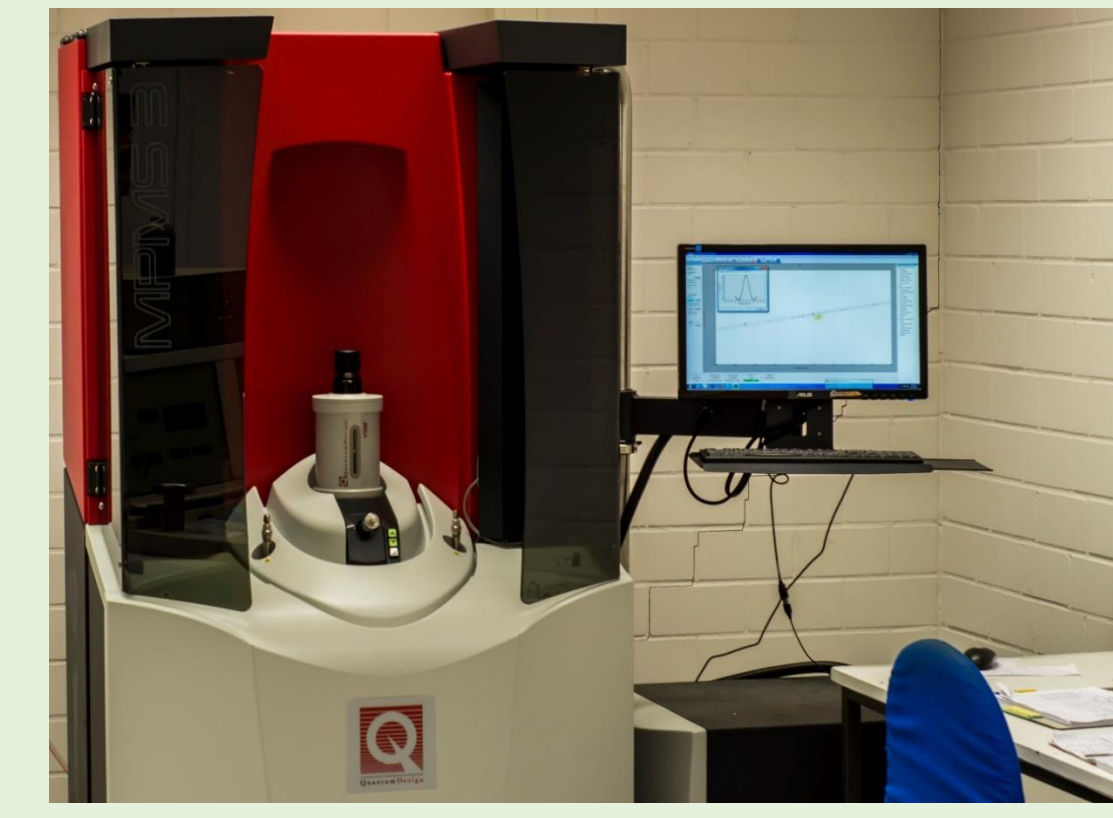
## Thermoanalyse

- ❖ Untersuchung des thermischen Verhaltens mittels Differenz-Thermoanalyse (DTA)
- ❖ Untersuchung des thermischen Zerfalls mittels Thermogravimetrie (TG)

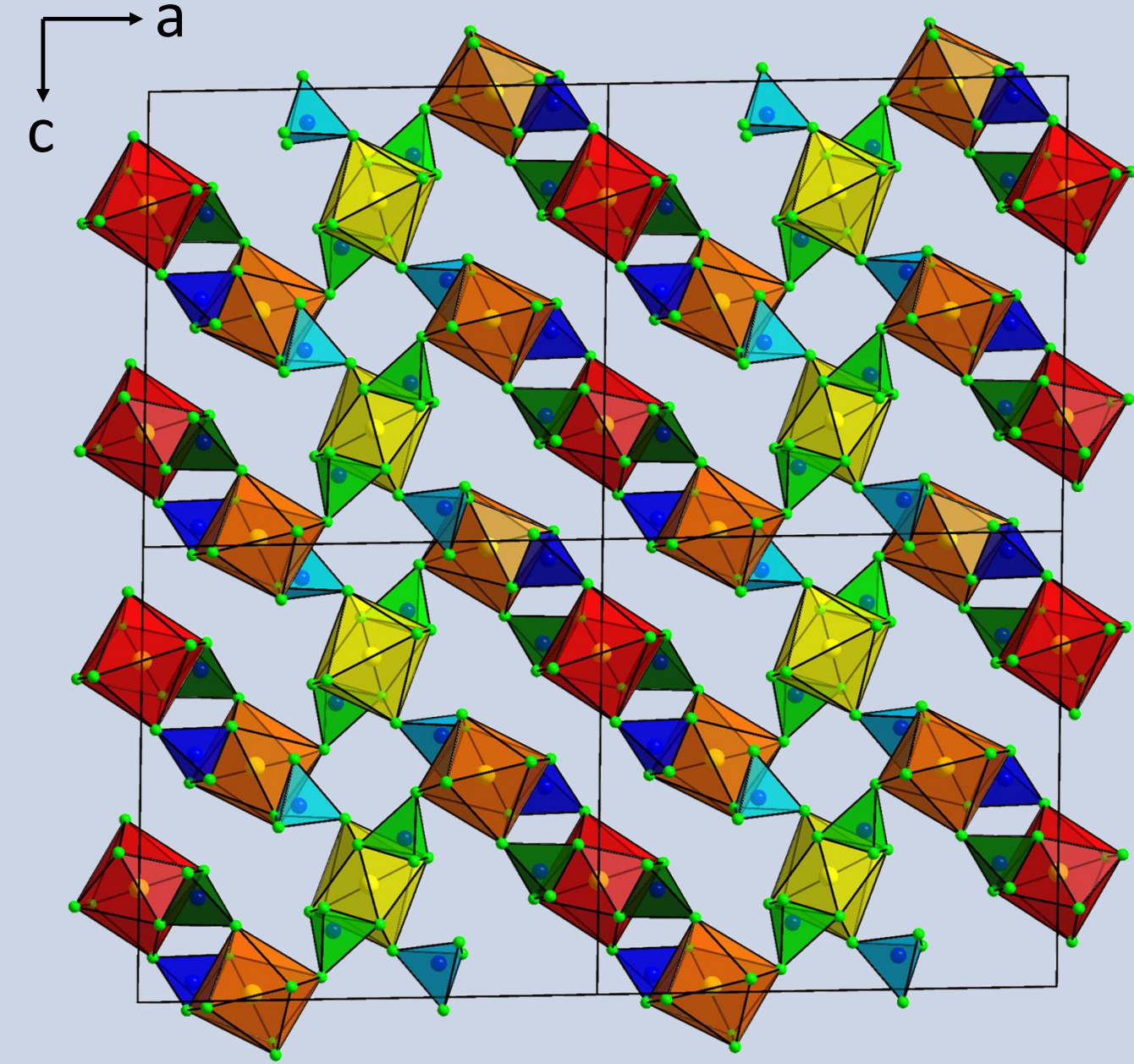


## Magnetometrie

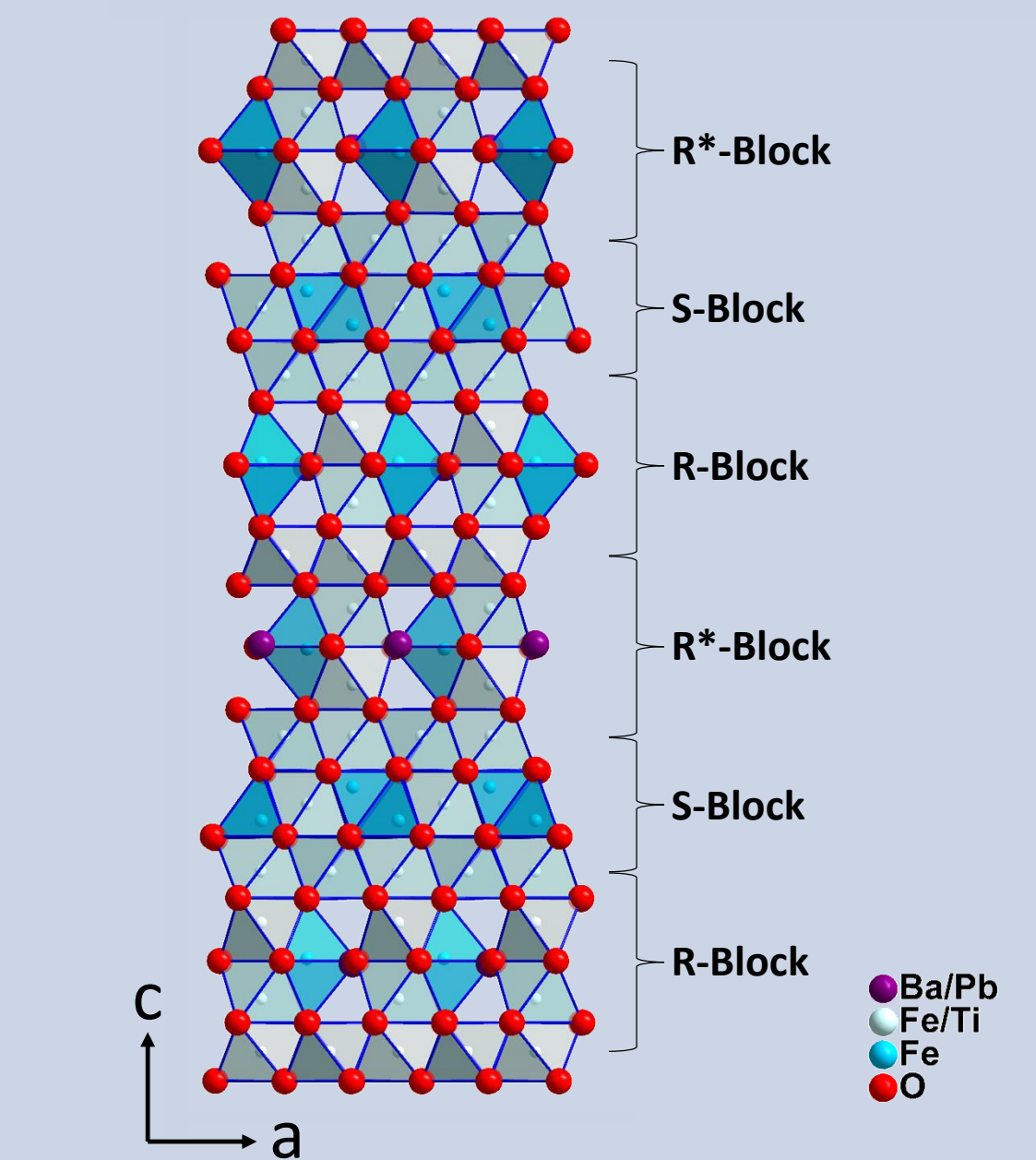
- ❖ Bestimmung der magnetischen Eigenschaften wie Curie-Temperatur, Feld- und Temperaturabhängigkeit der Suszeptibilität und Sättigungsmagnetisierung



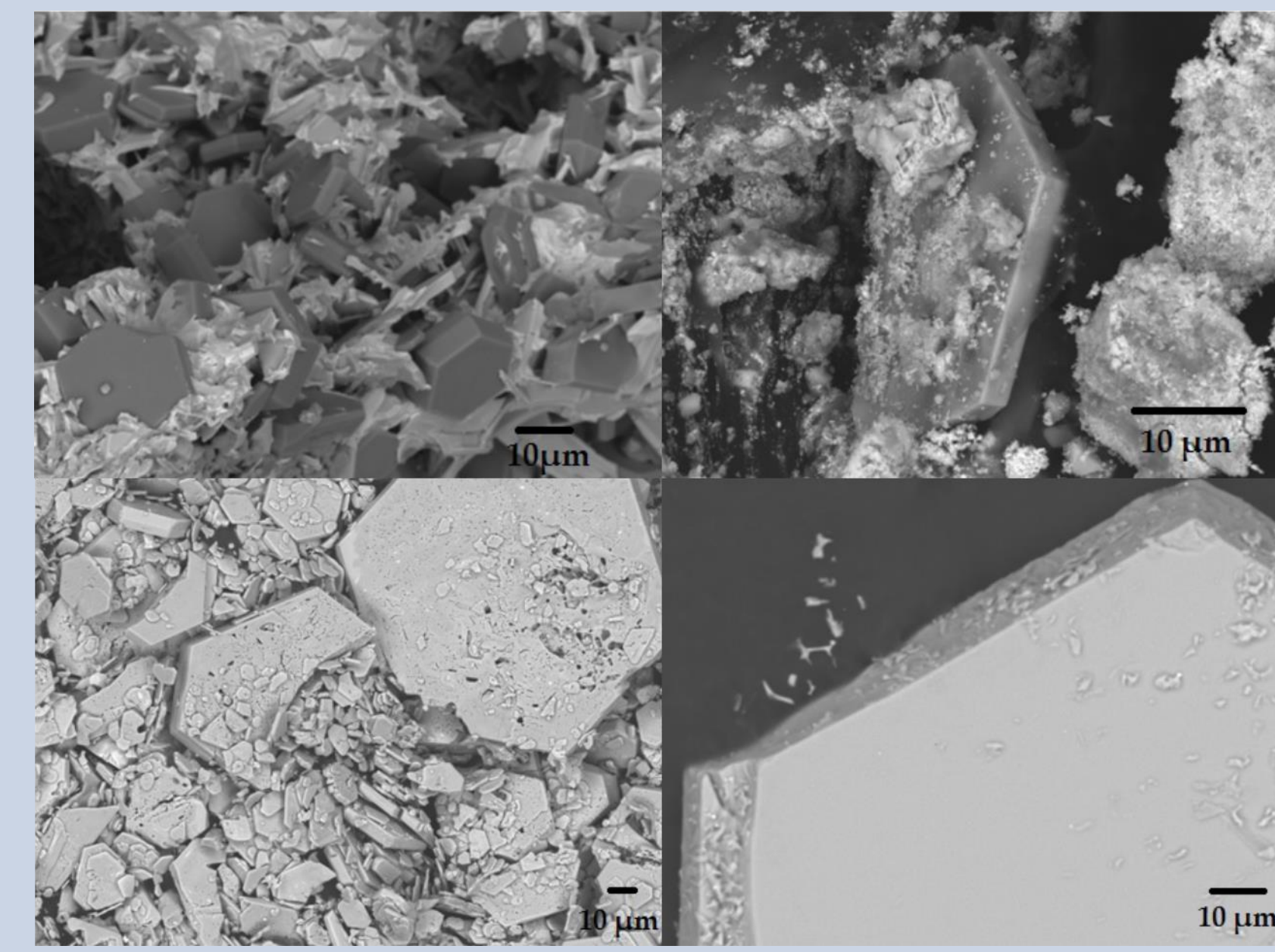
InN aus ammonothermalen Synthesen.



Ausschnitt aus der Kristallstruktur von  $\text{Ba}[\text{Ga}(\text{NH}_2)_4]_2$ .

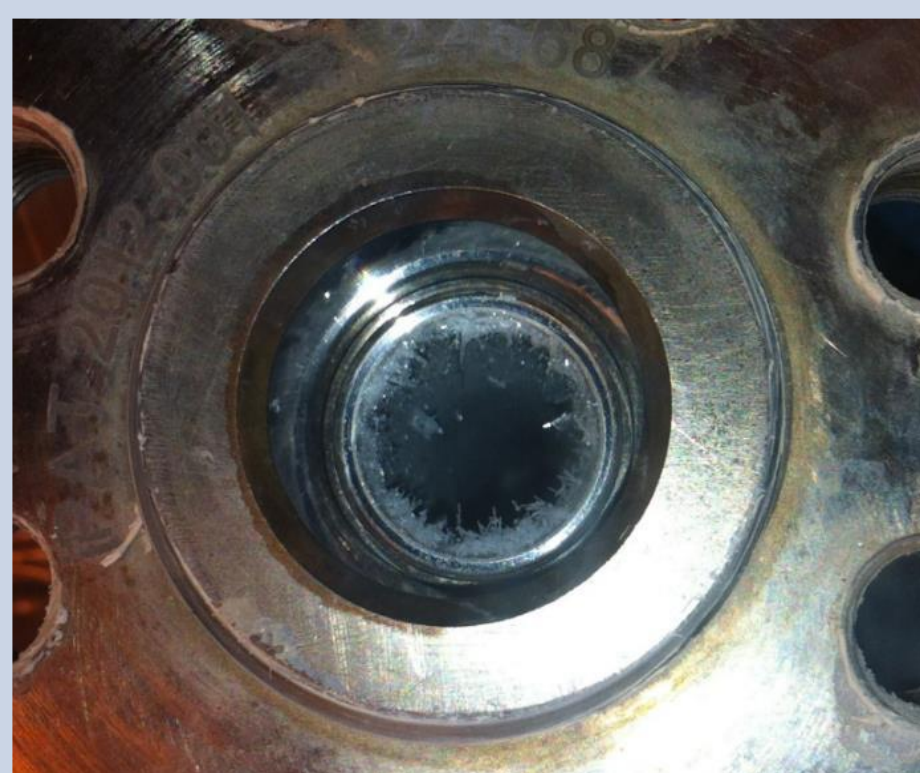


Ausschnitt aus der Kristallstruktur von  $\text{Ba}_{1-x}\text{Pb}_x\text{Fe}_8\text{Ti}_{10}$ .



REM-Aufnahmen von  $\text{Ba}_{1-x}\text{Pb}_x\text{Fe}_{12}\text{O}_{19}$ .

- ❖ Reaktionen in überkritischem  $\text{NH}_3$  bei bis zu 3000 bar und 600 °C ermöglichen Synthese schwer zugänglicher Funktionsmaterialien wie InN in hoher Qualität
- ❖ Aufklärung der entstehenden Intermediate in der AlN-, GaN- und InN-Synthese
- ❖ Synthese ternärer (Zn-/Ga-haltiger) Nitride
- ❖ Optimierung der InN-Einkristallzucht

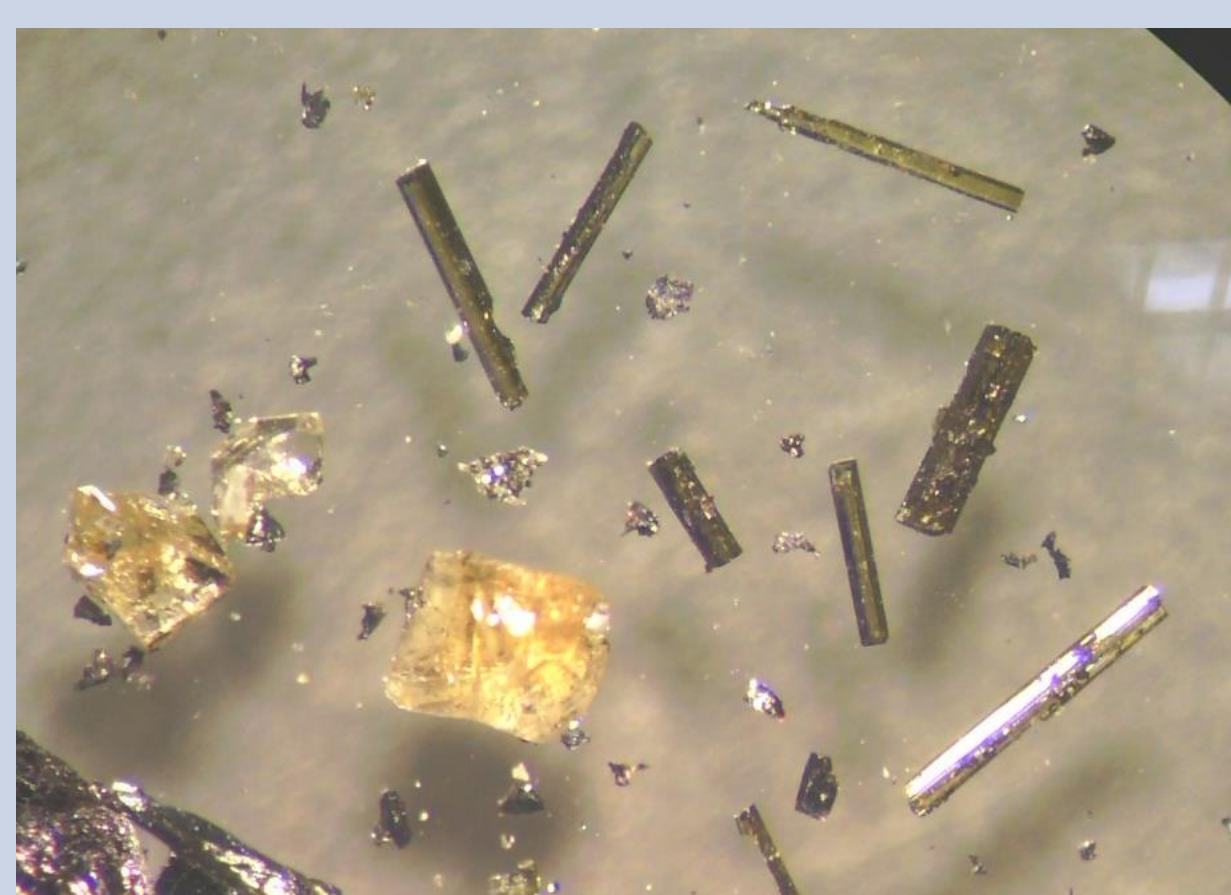


Kristallisiertes  $\text{Ba}[\text{Ga}(\text{NH}_2)_4]_2$  in der kalten Zone des Autoklaven.

- ❖ Ferrite sind keramische, ferro- oder ferrimagnetische Werkstoffe, die sich aus verschiedenen Blöcken S, R und T aufbauen lassen
- ❖ Festkörpersynthese aus der Salzschnmelze oder durch Sintern bei ca. 1200 °C
- ❖ Untersuchung der Auswirkung von Substitutionen auf die magnetischen Eigenschaften

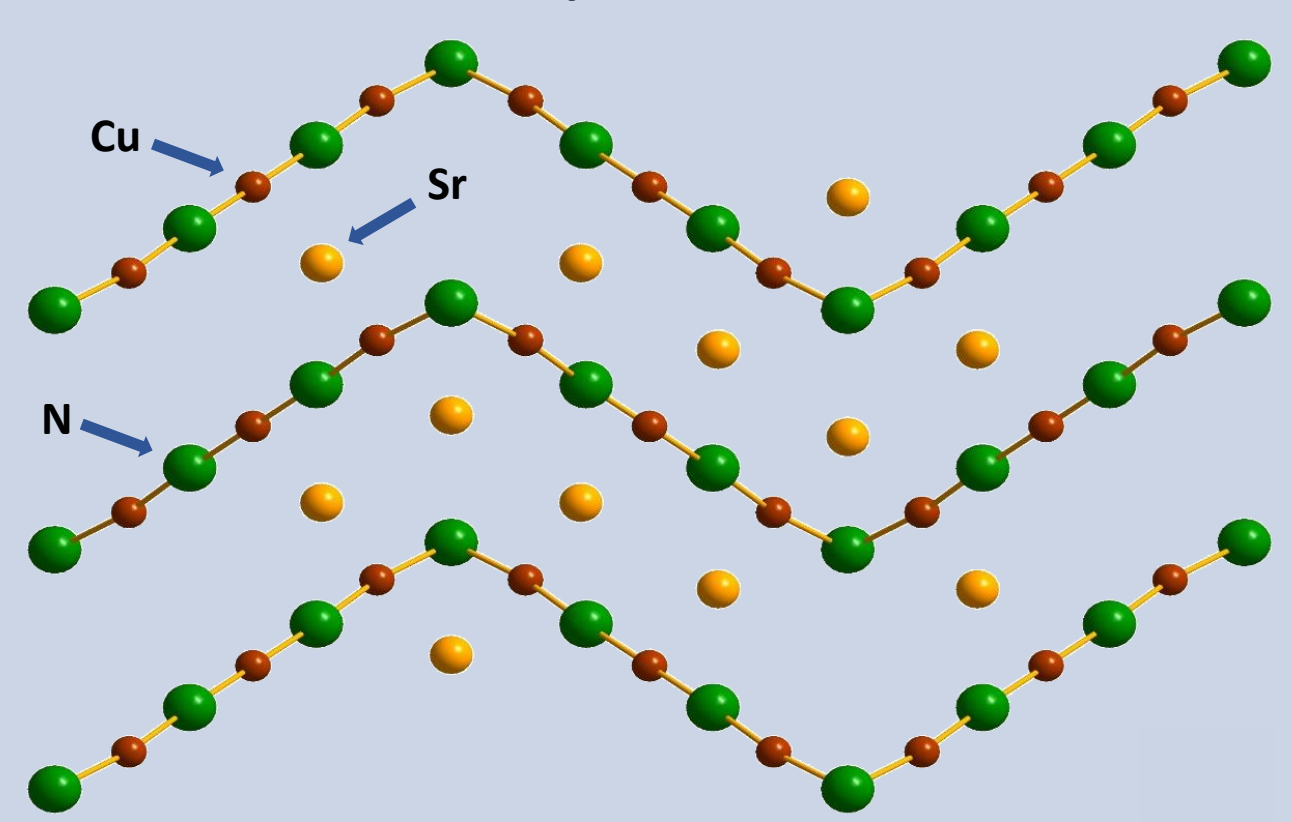


Kristalle von  $\text{BaFe}_{12-x}\text{Al}_x\text{O}_{19}$  mit mm-Skala.

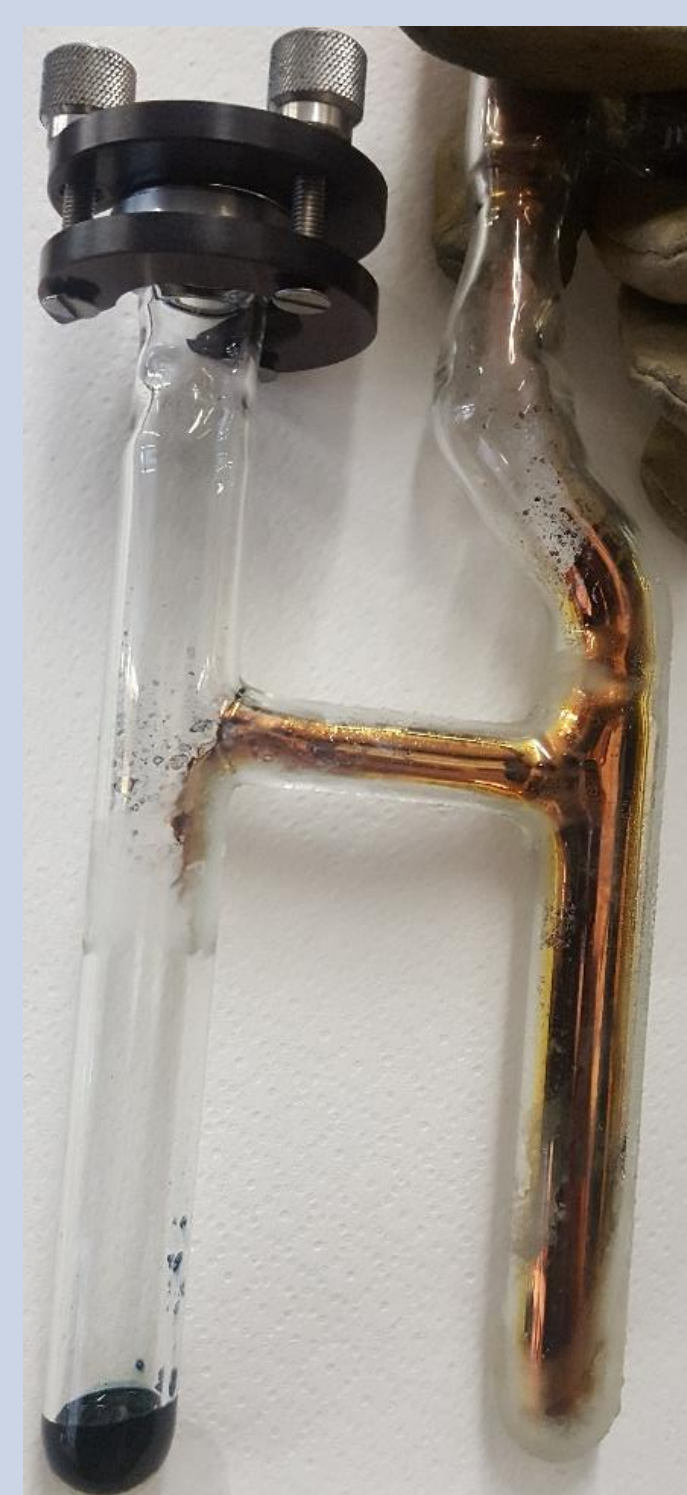


Verschiedene Kristalle nach der Aufarbeitung.

- ❖ Darstellung von Nitriden unterschiedlicher Zusammensetzung ( $\text{Fe}_x\text{N}_y$ ,  $\text{SrCuN}$ ...)
- ❖ Fest-fest- oder fest-Gas-Reaktionen bei Temperaturen bis 1000 °C
- ❖ Synthesen in Alkalimetallschmelzen zur Kristallzucht
- ❖ Lichtbogenschweißen zur Herstellung intermetallischer Phasen und zum Verschließen von Metallampullen in der Glovebox



Ausschnitt aus der Kristallstruktur von  $\text{SrCuN}$  mit Cu-N-Ketten und eingelagertem Strontium.

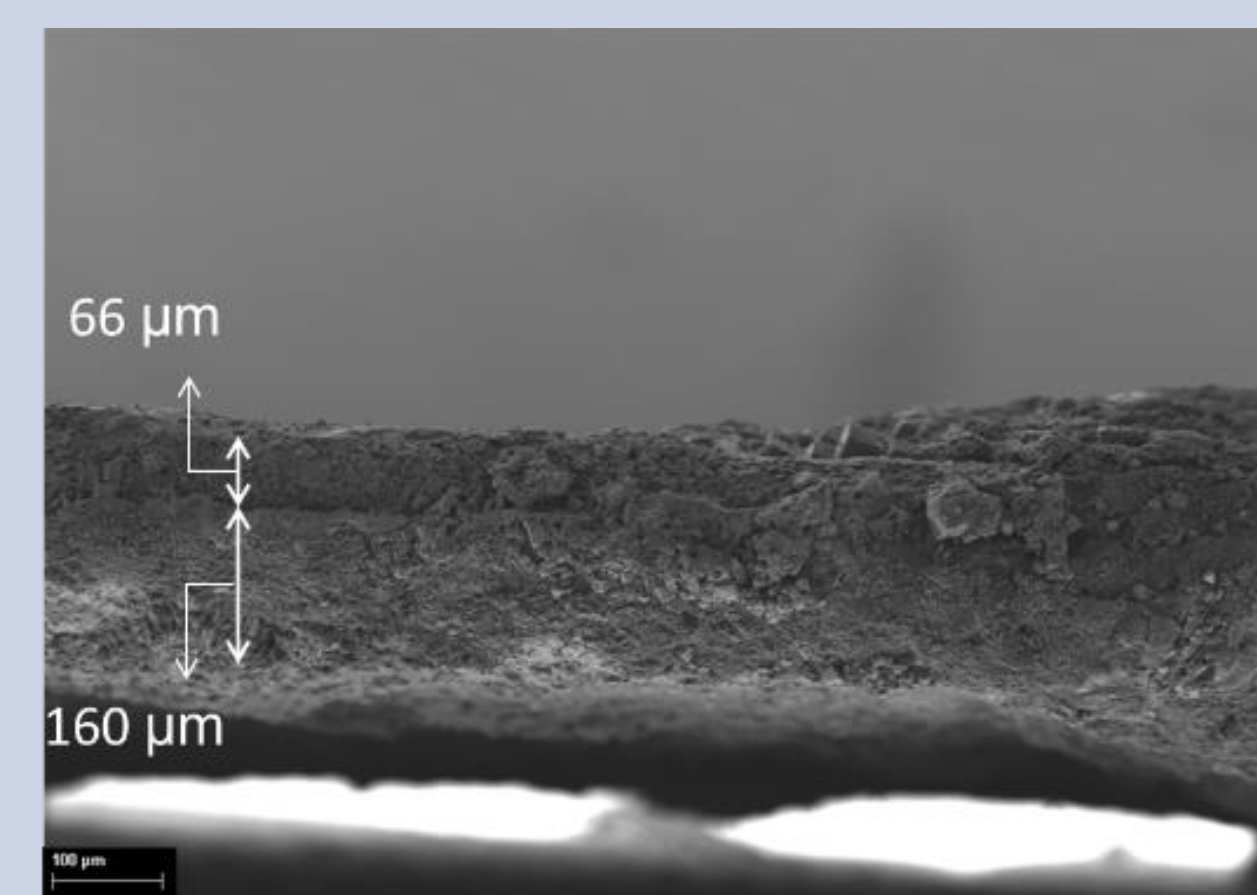


Entfernen des Alkalimetalls durch Waschen mit flüssigem Ammoniak.



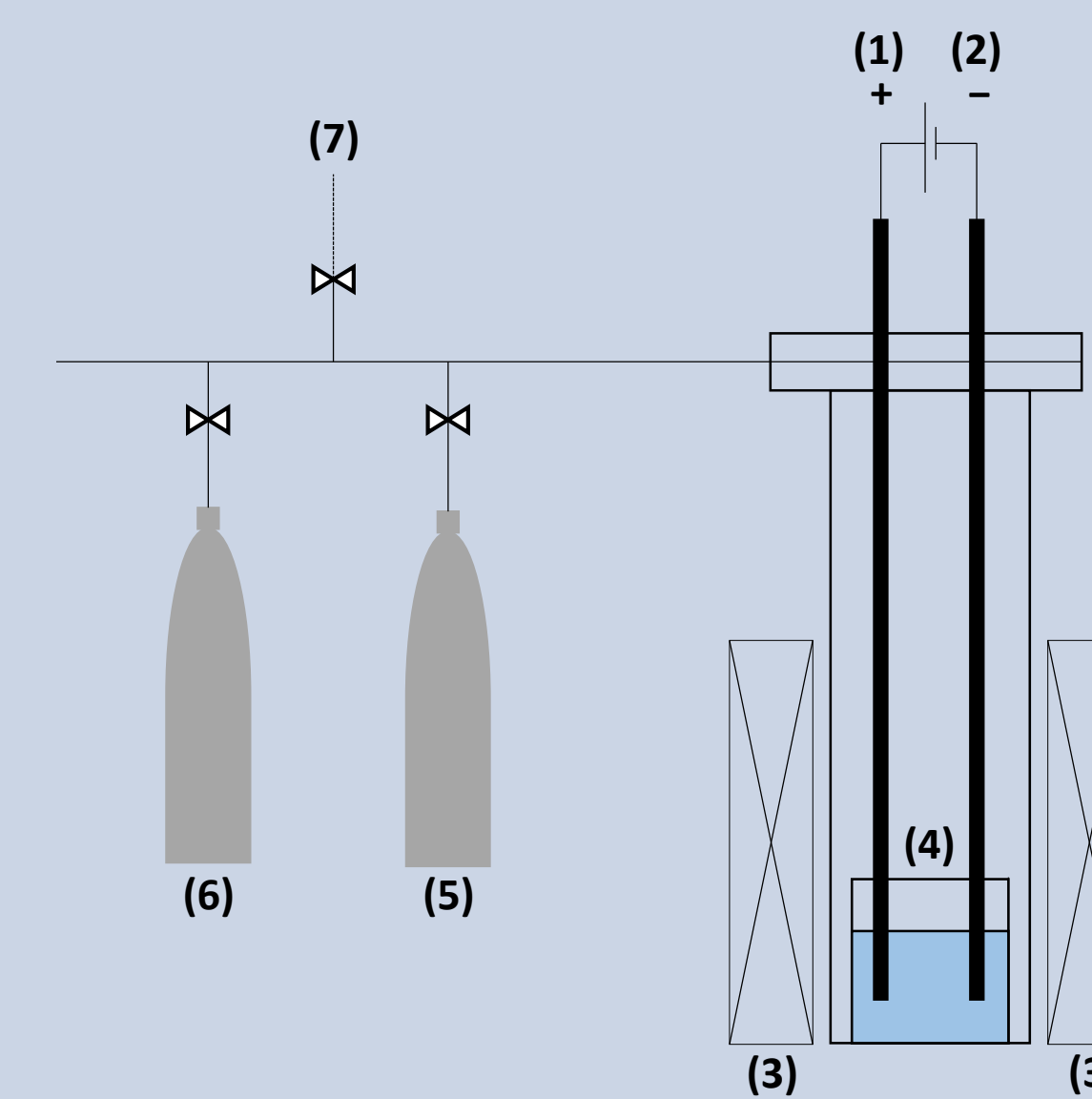
Elektrochemische Zelle aus Stahl.

- ❖ Elektrochemische Herstellung von Metallnitriden und intermetallischen Verbindungen in einer Salzschnmelze
- ❖ Ermittlung der optimalen Elektrolysebedingungen
- ❖ Aufklärung des Mechanismus



REM-Querschnitt einer  $\gamma'$ - $\text{Fe}_4\text{N}$ -Schicht auf einer Eisenelektrode.

$\gamma'$ - $\text{Fe}_4\text{N}$ -Schicht  
Eisenelektrode



Elektrochemische Zelle:  
(1) Anode  
(2) Kathode  
(3) Ofen  
(4) Korund-Tiegel  
(5) Argon  
(6) Stickstoff  
(7) Vakuumpumpe.

# Synthetische Methoden

- ❖ Synthesen in Muffelöfen
- ❖ Synthesen in Röhrenöfen unter verschiedenen Atmosphären (Luft, Ar,  $\text{N}_2$ ,  $\text{NH}_3$ ,  $\text{CO}_2$ )
- ❖ Ansätze in Keramiktiegeln, Glas- und Metallampullen



- ❖ Synthese in Autoklaven aus einer korrosionsbeständigen Nickelbasislegierung
- ❖ Verwendung eines Tensiediometers zur Kondensation von Ammoniak



- ❖ Lagerung und Handhabung luftempfindlicher Stoffe unter Schutzgasatmosphäre (Glovebox)

